

REVISTA

30

TECNOLOGÍA Y CIENCIA

AÑO 15 - MARZO 2017 - ISSN 1666-6917

EDICIÓN ESPECIAL — CIPP 2016

CONGRESO DE INGENIERÍA DE PROCESOS Y PRODUCTOS
FACULTAD REGIONAL ROSARIO - 30 DE MARZO Y 01 DE ABRIL DE 2016

Latindex

UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA NACIONAL - CIUDAD AUTÓNOMA DE BUENOS AIRES
REPÚBLICA ARGENTINA





Producción de Fertilizantes Sólidos de a partir de Residuos Líquidos de la Digestión Anaeróbica

Resumen: En este trabajo se analiza la factibilidad de desarrollar, mediante granulación en lecho fluidizado, un fertilizante sólido utilizando como ligante el biol (residuo líquido de la digestión anaeróbica) y como núcleos de crecimiento diferentes minerales. Se realiza una caracterización completa de las partículas minerales seleccionadas y se estudia su comportamiento fluidodinámico en el lecho fluidizado. De acuerdo a los resultados de densidad, las partículas de zeolita son porosas. Tanto para este material como para yeso agrícola y dolomita, las correlaciones reportadas en bibliografía para lechos cilíndricos y cónicos sobrestiman la velocidad de mínima fluidización experimental, siendo su predicción conservadora. Asimismo, se aborda la puesta a punto del proceso de granulación escala piloto. Se establecen exitosamente condiciones de operación (temperatura de lecho, temperatura y caudal de aire de fluidización, caudal y temperatura de biol, etc) que permiten operaciones estables y producción de granulos completamente recubiertos.

Palabras Claves: Granulación, Fertilizante sólido; Digestión anaeróbica.

Abstract: In this work the feasibility of developing a solid fertilizer by fluid-bed granulation, using biol (liquid residue from anaerobic digestion) as binder and different minerals as nucleus, is analyzed. Full characterization of the selected mineral particles is performed and their fluidization behavior is studied. According to the density results, the zeolite particles are porous. For this material as well as for agricultural gypsum and dolomite, the correlations reported in the literature for cylindrical and conical beds overestimate the experimental minimum fluidization velocity, being the prediction conservative. Also, the process fine tuning is approached. Operating conditions (bed temperature, fluidization air temperature and flowrate, biol temperature and flowrate, etc) that enable stable operation and the production of completely coated granules are successfully established.

keywords: Granulation, Solid fertilizer, Anaerobic digestion.

Jonathan Moreno, Juliana Piña, Ivana Cotabarren

Dpto. de Ingeniería Química – Universidad Nacional del Sur – PLAPIQUI (UNS-CONICET),
Camino La Carrindanga Km 7, Bahía Blanca, Argentina.
Mail: jcotabarren@plapiqui.edu.ar

INTRODUCCIÓN

La sociedad actual genera una gran cantidad de residuos que afectan no sólo al aire, agua y suelo sino también a la salud de las personas. La correcta gestión de los residuos y las aguas servidas, asegurando su posterior tratamiento, es una de las claves para conseguir un ambiente sano y salubre. Una forma de disposición de residuos es la digestión anaerobia. Este es un proceso de degradación de materia orgánica en ausencia de oxígeno, llevado a cabo por microorganismos que actúan en el interior de biodigestores, los cuales básicamente consisten en recipientes herméticos al aire. A partir de la degradación anaerobia de materia orgánica se obtienen tres productos básicos: el biogás, un fertilizante orgánico líquido, comúnmente denominado "biol" y un fertilizante orgánico lodoso, denominado "biosol" (Jansen y Aparcana Robles, 2008). Los residuos sólidos y líquidos de la digestión tienen extraordinarias cualidades agronómicas beneficiosas para los cultivos, no sólo debido al contenido de nitrógeno, fósforo y potasio que presentan (que los hace potenciales sustitutos de los fertilizantes sintéticos NPK) (Mangwandi et al., 2013a), sino también por la presencia de hormonas vegetales de crecimiento, producto de desecho del metabolismo de las bacterias anaerobias típicas de este proceso (Jansen y Aparcana Robles, 2008). Otra de las características del proceso de biodigestión es que elimina totalmente los malos olores y los microorganismos patógenos que puedan encontrarse en el residuo inicial haciendo más factible el uso del biol como fertilizante (Klavon et al., 2013).

En la transición actual de una economía fósil a una de base biológica, constituye un especial desafío el total aprovechamiento de los nutrientes que generalmente se desechan como efluentes; principalmente, si se tiene en cuenta que son recursos que se están agotando rápidamente. Por otra parte, la producción

de fertilizantes sintéticos requiere cantidades significativas de energía fósil, cada vez más costosa por ser una fuente no renovable. En consecuencia, el aprovechamiento del biol y biosol constituye una potencial estrategia para sustituir de forma sostenible el uso de fertilizantes sintéticos (Vaneckhnate et al., 2013). Aproximadamente el 90% del material que ingresa al biodigestor se transforma en biol, dependiendo del tipo de material a fermentar y de las condiciones de fermentación (Mangwandi et al., 2013b). Sin embargo existen problemas asociados con la aplicación directa de este líquido como, por ejemplo, la lixiviación de nutrientes, que puede llevar a la eutrofización de los cuerpos de agua naturales alterando el hábitat de las poblaciones animales y vegetales y la consecuente degradación de la calidad del agua. Asimismo, el transporte y almace-namiento del fertilizante líquido resulta una operación difícil de realizar, obligando a desechar este producto de alta calidad nutricional en plantas de tratamiento de aguas residuales. La alternativa de convertir biol en un sólido granulado mejoraría las capacidades de almacenamiento y transporte. Además, la posibilidad de adecuar las propiedades del producto sólido para dar perfiles de liberación de nutrientes apropiados, disminuiría el problema de lixiviación que se asocia con la aplicación directa del fertilizante líquido (Mangwandi et al., 2013a).

Las técnicas de granulación, que consisten en convertir polvos y/o líquidos en gránulos sólidos con mejores propiedades físicas y/o químicas, son consideradas como uno de los avances más significativos en la industria que maneja sólidos particulados (Lister et al., 2004). En particular, la granulación en la industria de fertilizantes ha permitido obtener gránulos más resistentes a la rotura, con mejores propiedades de flujo y menor formación de polvo y aglomerados



(Cotabarren et al., 2010). Existen varios tipos de granuladores, sin embargo los de lecho fluidizado son muy usados porque acoplan varias etapas del proceso en una sola unidad (Balliu, 2005). La granulación en lechos fluidizados permite alcanzar alta velocidad de transferencia de masa y energía y logra combinar las etapas de aumento de tamaño, secado y acondicionamiento de los gránulos en la misma unidad. Estos equipos utilizan frecuentemente ligantes líquidos para lograr el aumento de tamaño de las partículas, los cuales pueden ser soluciones acuosas (granulación húmeda) o fundidos (Saleh y Guigon, 2007). El aumento de tamaño de los gránulos se produce por la deposición de gotas del ligante atomizado sobre la superficie de semillas alojadas en la unidad y la posterior evaporación del agua o solidificación del material por enfriamiento (Lister et al., 2004). La estructura final de los mismos (aglomerado o partícula recubierta) dependerá, entre otras cosas, del tamaño relativo entre las semillas y las gotas de ligante. Recientemente, Mangwandi y colaboradores estudiaron la granulación de un producto líquido de biodegradación en granuladores de alto corte, verificando la factibilidad del proceso y obteniendo un producto con resistencia, tamaño y distribución de nutrientes adecuada (Mangwandi et al., 2013a y 2013b). Sin embargo, y como se mencionó, la granulación en lechos fluidizados resulta superior a la granulación de alto corte porque permite alcanzar altas velocidades de transferencia de masa y energía y logra combinar las etapas de crecimiento, secado y acondicionamiento de los gránulos en la misma unidad. En particular, nuestro grupo de investigación lleva varios años trabajando en el estudio de la producción industrial de urea en granuladores de alto fluidizado, contando además con un equipo especializado para la realización de ensayos experimentales.

En este contexto, en este trabajo se estudia la factibilidad de desarrollar, mediante la técnica de granulación en lecho fluidizado, un fertilizante sólido utilizando como ligante el biol y como núcleos de crecimiento diferentes materiales adecuados para la agricultura orgánica y las necesidades de los cultivos. Específicamente, se presenta una caracterización completa de las partículas que actuarán como núcleo de granulación en la obtención del fertilizante sólido así como también de su comportamiento fluidodinámico en el lecho fluidizado. Posteriormente, se aborda la puesta a punto del proceso de granulación escala piloto para determinar las condiciones de operación (temperatura de lecho, temperatura y caudal de aire de fluidización, caudal y temperatura de biol, etc.).

METODOLOGÍA

Núcleos de Granulación

Para seleccionar los materiales que constituirán los núcleos de crecimiento en la granulación con biol, se tuvieron en cuenta sus características fisicoquímicas, biodegradabilidad, disponibilidad y costo así como también la posibilidad de que incorporen otros nutrientes (además de los presentes en el biol) o presenten características que contribuyan al buen desarrollo de los cultivos y cuidado del medio ambiente. Luego de ese estudio exhaustivo, se seleccionaron tres materiales: soporte: zeolita, yeso agrícola y dolomita, cuyas principales características se muestran en la Tabla 1.

Los materiales fueron gentilmente provistos o adquiridos a empresas nacionales. La zeolita corresponde al producto comercializado por la empresa CMA Minera (www.zeolita.com.ar/), el sulfato de calcio fue donado por Fortaleza S.A. (www.fortalezasa.com.ar/)

y la dolomita fue provista por Minerales Calvo (www.mineralescalvo.com.ar/).

Caracterización de los Núcleos de Granulación

La caracterización completa de los materiales a utilizar como núcleos de granulación consistió en la determinación de la distribución de tamaño de partículas (PSD) de las muestras disponibles y la medición tanto de la densidad de la partícula como del sólido. Asimismo, se realizaron estudios de fluidización en la unidad de granulación para establecer la factibilidad de uso de dichos materiales.

Tamizado

La PSD se determinó por tamizado en una torre de tamices vibratoria (Zonytest, Argentina) con mallas estandarizadas (ASTM) de distinta apertura, que siguen una progresión geométrica. Las determinaciones se realizaron por triplicado. Mediante este procedimiento también se obtuvieron las fracciones monodispersas más adecuadas para su posterior granulación.

Material	Características	Comercialización
Zeoalita	Alta área específica y capacidad de intercambio catiónico liberándose lentamente (Khosravi et al., 2013; Kojic et al., 2013).	Rango amplio desde 0,045 a 2,36 mm (CMA Minería).
Yeso agrícola- la (sulfato de Ca)	Corrector químico de suelos alcalinos (Courney y Harrington, 2012). Alternativa para la incorporación de azufre y calcio al suelo (Vázquez et al., 2012).	Pólvos (marcoses a 1 mm), Gránulos entre 2 y 4 mm (Graniza SA).
Dolomita	Emulsionada para suelos ácidos (Millán et al., 2010; Vázquez et al., 2012).	En polvo o pellets (Minerales Calvo).

Tabla 1. Características generales de los materiales a utilizar como núcleos de granulación.

Medición de Densidad

La densidad de las partículas (que contempla la porosidad de la partícula) se determinó mediante pycnometría. Asimismo, se utilizó adsorción de nitró-

geno (NOVA 1200e de Quantachrome Instruments). Esta técnica provee un valor de densidad que no tiene en cuenta el volumen de poros conectados con la superficie de la partícula, por lo cual provee un valor más cercano a la densidad del sólido. En especial, si la partícula no es porosa, ambos valores de densidad resultan coincidentes.

Fluidización

La hidrodinámica de los lechos fluidizados depende de las propiedades del sólido (tamaño, densidad y forma de la partícula), del fluido (densidad, viscosidad y velocidad superficial) y de la geometría del lecho (Kunii y Levenspiel, 1991; Mörl et al., 2007). La velocidad del aire de fluidización no sólo afecta el patrón de mezclado sino también la estabilidad de la operación y el mecanismo de crecimiento. Varios autores indican que la diferencia o el cociente entre la velocidad superficial de fluidización (u) y la velocidad mínima de fluidización o fluidización incipiente (u_{mf}) puede señalar si en el granulador se produce aglomeración o recubrimiento de las partículas (Hemati et al., 2003; Saleh y Guigon, 2007). En general, existe consenso en cuanto a que velocidades de gas en exceso ($u - u_{mf}$) relativamente altas conducen predominantemente al crecimiento de partículas por recubrimiento. Por esta razón, es indispensable conocer la u_{mf} de los sistemas que se estudian. Para lechos de sección constante u_{mf} se puede calcular utilizando la ecuación (1), la cual se deriva de la ecuación de Ergun (Kunii y Levenspiel, 1991; Mörl et al., 2007).

$$(1 - \epsilon_{mf}) (\rho_p - \rho_f) g = 150 \frac{(1 - \epsilon_{mf})^2}{\epsilon_{mf}^3} \frac{\mu_f u_{mf}}{d_p^2} + 1,75 \frac{(1 - \epsilon_{mf}) \rho_f u_{mf}^2}{\epsilon_{mf}^3 d_p} \quad (1)$$

donde ϵ_{mf} es la porosidad de mínima fluidización del lecho, ρ_p y ρ_f corresponden a la densidad de las parti-

culas y el fluido, g es la aceleración de la gravedad, μ_f es la viscosidad del fluido, g es la gravedad, d_p es el diámetro de la partícula. El granulador de diseño propio es de inclinación de 15°. Las máquinas de los lechos fluidizados difieren de los lechos fluidizados en la dirección transversal como truncado, la velocidad superficial de fluidización se mide desde su valor máximo en la superficie del lecho. La velocidad superficial de fluidización se mide a una distancia de 10 veces el diámetro de la partícula que se estudia. El equipo fluidizan por sección superior de esta razón, Pengy et al.

$$(2) \text{ para establecer } u_{mf} = \frac{D_0}{D_1} \frac{\rho_0}{\rho_f} u_{mf}^2 \quad (2)$$

$$(\rho_p - \rho_f) g = \frac{\rho_0^2 + \rho_0 \rho_f}{3D_0^2} u_{mf}^2$$

donde D_0 y D_1 son los diámetros de la sección superior y del tope del lecho, respectivamente. Los parámetros A y B se definen como:

$$B = 1,75 \frac{(1 - \epsilon_{mf}) \rho_f}{\epsilon_{mf}^3 d_p}$$

Una experiencia con el equipo de esta razón, Pengy et al. (2007) sugiere cargar el lecho con el mismo. Para controlar la densidad del sistema se mantiene el sistema por un período de tiempo suficiente para estabilización. La inspección mediante inspección que posee el equipo

estas y el fluido, respectivamente; μ_f es la viscosidad del fluido, g es la aceleración de la gravedad y d_p es el diámetro de la partícula.

El granulador de lecho fluidizado discontinuo de diseño propio es un cono truncado con un ángulo de inclinación de $6,12^\circ$. Las características hidrodinámicas de los lechos fluidizados con sección cónica difieren de los lechos tradicionales de columna de área transversal constante. Debido a la geometría de cono truncado, la velocidad superficial del gas decrece desde su valor máximo en la base del equipo hasta la superficie del lecho. Como consecuencia del gradiente axial de velocidad, se produce una fluidización parcial.

Medida que se aumenta el caudal de fluidización, las partículas que se encuentran en la parte inferior del equipo fluidizan primero que las que se encuentran en la sección superior del lecho (Peng y Fan, 1997). Por esta razón, Peng y Fan (1997) propusieron la ecuación [2] para establecer el valor de u_{mf} en lechos cónicos.

$$k_{1mgf} + B \frac{D_0}{D_1} u_{mgf}^2 - (1 - \epsilon_{mg}) \left(\rho_f - \rho_s \right) g \frac{D_0^2 + D_0 D_1 + D_1^2}{3 D_0^2} = 0 \quad (2)$$

donde D_0 y D_1 corresponden a los diámetros de la base y del tope del lecho en reposo, respectivamente; los parámetros A y B están dados por:

$$B = 1,75 \frac{(1-\epsilon) \rho_f}{\epsilon^3} \frac{\mu_f}{d_p} \quad A = 150 \frac{(1-\epsilon)^2}{\epsilon^3} \frac{\mu_f}{d_p^2} \quad (3)$$

Una experiencia típica de fluidización consiste en cargar el lecho con las partículas y nivelar la superficie del mismo. Para cada velocidad superficial ensayada, mantiene el sistema en condiciones operativas consistentes por un período de tiempo suficiente para lograr estabilización. Luego se registra la altura del lecho mediante inspección visual por la ventana vidriada que posee el equipo. La velocidad del aire de fluidi-

zación se mide utilizando un anemómetro a la salida del granulador, cuyo valor se expresa como velocidad superficial en la base del lecho. Por último, la caída de presión a través del lecho se mide con un manómetro de tubo en U que emplea agua como fluido manométrico. La determinación experimental de velocidad de mínima fluidización se basó en el criterio de Peng y Fan (1997), el cual asigna a u_{mf} el valor de la velocidad del aire correspondiente a la máxima caída de presión.

Granulación

Para los ensayos de granulación de las partículas por recubrimiento se utilizó como ligante el biol provisto por un biodigestor escala piloto que se encuentra en funcionamiento en PLAPIQUI. El mismo opera a temperatura ambiente y es alimentado semanalmente con estiércol de conejo y maíz molido (relación 10:1). En trabajos previos del grupo de investigación se evaluaron las características fisicoquímicas del biol (contenido de materia orgánica, peso seco, pH, conductividad, distribución de tamaño de los sólidos en suspensión, contenido de hidrógeno, nitrógeno, carbono total, potasio y fósforo) para determinar su potencial agronómico y la posibilidad de utilizarlo como ligante en la granulación. Se verificó que la composición del biol y sus propiedades (excepto la PSD de los sólidos en suspensión, que no ha sido previamente determinada) están en acuerdo con datos reportados en bibliografía para bioles provenientes de alimentaciones a biodigestores similares a la analizada (Castro et al., 2015).

En la Figura 1 se muestra el sistema completo utilizado para el recubrimiento de las partículas. Un experimento típico consiste básicamente en tres etapas. Primeramente, se carga el lecho con una dada masa de núcleos y se ingresa aire de fluidización a una velo-

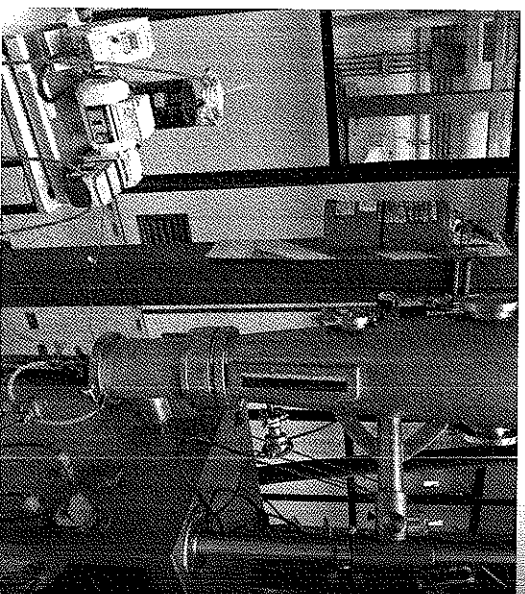


Figura 1. Sistema de inyección y precalentamiento del biol y granulador.

cidad que es función de las características del material a granular y a una temperatura adecuada para alcanzar la temperatura del lecho deseada. Un controlador manipula la temperatura de entrada del aire de fluidización (T_a) para mantener la temperatura del lecho en el valor especificado. Una vez establecido el régimen térmico del lecho, se procede con la etapa de atomización del ligante por un intervalo de tiempo definido de acuerdo al recubrimiento requerido. El biol a alimentar (aproximadamente 2 litros) se encuentra en un recipiente calefaccionado y con agitación para evitar la precipitación de los sólidos en suspensión. El biol se inyecta utilizando una bomba peristáltica previamente calibrada y se atomiza con un dado caudal de aire comprimido que se precalentaba a través de un horno con controlador de temperatura. Este caudal se controla mediante una válvula y se mide con un rotámetro. Por último, una vez finalizada la inyección, los gránulos finales se enfrían haciendo circular por el lecho de partículas el aire de fluidización a temperatura ambiente por un periodo de tiempo que garantice una adecuada descarga y manipulación del producto. El producto granular recogido, se reserva para su caracterización. El polvo depositado sobre las paredes del granulador y en los filtros de manga superiores se pesa para efectuar cálculos de cierre de balance de masa.

Para todos los materiales se realizaron dos ensayos sucesivos de recubrimiento (i.e., una primera granulación con el material virgen y una segunda granulación con el material ya granulado) para conseguir una mayor deposición de biol sobre los núcleos. Es importante destacar que, con el objetivo de eliminar parte del contenido de agua presente en el biol, se efectuó una evaporación previa a la etapa de granulación. Este proceso se llevó a cabo colocando las muestras en estufa a 70 °C durante aproximadamente 36 horas.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Distribución de Tamaño

La Figura 2 muestra las PSD para los tres materiales utilizados como núcleo, expresadas en fracción en peso acumulada retenida (W_i/ac). Los valores de los diámetros medios aritméticos en masa se muestran en la Tabla 2.

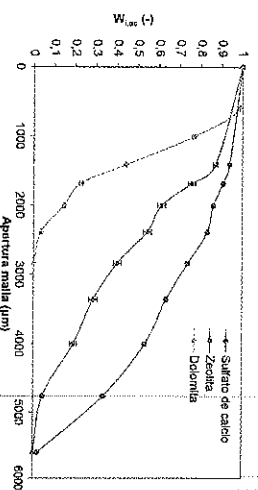


Figura 2. Distribución de tamaño de partículas para los diferentes núcleos.

Material	D _p medio (µm)
Dolomita	1486
Yeso	2336
Zeolita	3797

Tabla 2. Diámetro medio aritmético en masa de los materiales núcleo.

Medición de la

En la Tabla 3 reportadas en la zeolita existe diferencias de técnicas e los dos métodos puros. Se esperaría que la zeolita mayor fa durante la granu obtenidas por pic los otros dos mat mismos están co Los resultados ob con los reportad

Material	Pigmentación T
Zeolita	1642
Yeso	2308
Dolomita	2991

Tabla 3.

Fluidización

En la Tabla 4 se muestra la distribución para la (µm) como cal (A) (µm) cilindro de determinación de sobrestiman la los tres mate-r reportada para

Zeolita
Yeso
Dolomita

Tabla 4. Velocidades



Medición de la Densidad

En la Tabla 3 se incluyen las densidades medidas y reportadas en la bibliografía para cada material. Para la zeolita existe diferencia entre los valores medidos por las dos técnicas empleadas, indicando que es un material poroso. Se espera que esta característica le confiera a la zeolita mayor facilidad para retener el material ligante durante la granulación. Por otra parte, las densidades obtenidas por picnometría y adsorción de nitrógeno para los otros dos materiales son similares, señalando que los mismos están constituidos por partículas no porosas. Los resultados obtenidos se encuentran en buen acuerdo con los reportados en bibliografía.

Material	Denominación	NOVA 1200e	Densidad (kg/m ³)	Bibliografía
Zeolita	1842	2282	2200-2310	(Malquez Carosa et. al. 2000; Costarada et al. 2011)
Yeso	2308	2338	2300-2320	(wikipedia.org/wiki/Yeso_(mineral))
Dolomita	2991	3022	2860-3100	(wikipedia.org/wiki/Dolomita)

Tabla 3. Densidad de las partículas utilizadas como núcleos de granulación.

Fluidización

En la Tabla 4 se presenta la velocidad de mínima fluidización para los tres materiales, tanto experimental (umf) como calculada por las ecuaciones (1) y (2) a (4) (umf cilíndrica y umf cónica, respectivamente). Las determinaciones se realizaron por duplicado o triplicado. Los resultados indican que ambas correlaciones sobrestiman la velocidad de mínima fluidización para los tres materiales, siendo más efectiva la ecuación reportada para lechos cilíndricos.

	umf (m/s)	umf cilíndrica (m/s)	umf cónica (m/s)
Zeolita	1,14±0,06	3,01	3,68
Yeso	1,43±0,02	1,86	2,07
Dolomita	1,42±0,04	1,81	2,01

Tabla 4. Velocidades de mínima fluidización para los diferentes núcleos.

Para la fluidización de zeolita se utilizaron 1,500 kg de material retenido por la malla ASTM #7 (es decir, con un diámetro de Sauter -diámetro de una esfera que conserva la relación volumen/área- de 3,09 mm). Las velocidades de mínima fluidización calculadas difieren significativamente del valor experimental debido probablemente a la forma poco esférica de las partículas de zeolita (ver Tabla 4).

Para la fluidización de yeso agrícola se utilizó el material retenido por las mallas ASTM #8, #10 y #12, correspondiendo a un diámetro de Sauter de 2,23 mm. Se cargaron 1,503 kg de masa en el lecho fluidizado.

Para la fluidización de dolomita se utilizaron 2,088 kg de partículas retenidas por distintas mallas: ASTM #8, #10, #12 y #14, con un diámetro de Sauter de 1,79 mm.

Granulación

El éxito de los procesos de recubrimiento se basa en una correcta selección de las condiciones de operación. Teniendo en cuenta los límites operativos del equipo disponible, que fue originalmente diseñado para llevar a cabo granulaciones con ligantes fundidos en lugar de en soluciones acuosas, las condiciones de operación se establecieron por prueba y error y en base a la experiencia previa (Veliz et al., 2015). Se realizaron varias experiencias en las que se intentó operar el equipo inyectando biol a un caudal constante de 0,72 cm³/min (bomba peristáltica a 15 rpm) y manteniendo la temperatura del lecho fluidizado en 105 °C (set point del controlador, T_{lecho}^{SP}). Como se muestra la Figura 3, para la granulación de dolomita, este modo de operación resultó no factible (régimen térmico oscilatorio). El sistema de control alcanza al set point deseado (minuto 27 de la operación) alimentando el aire de fluidización a 120 °C. No obstante, al comenzar

la inyección (minuto 30 de la operación) se produce un descenso brusco en la temperatura del lecho debido a la evaporación de agua del biol. En respuesta a esta perturbación, se genera un aumento en la temperatura del aire de fluidización. Dado que el equipo no es capaz de operar con diferencias entre la temperatura del lecho y la del aire de fluidización mayores a 60 °C, a partir del minuto 33 de operación el sistema entra en un régimen térmico oscilatorio.

En consecuencia, para evitar cambios bruscos de temperatura y ΔT mayores a 60 °C, las siguientes pruebas de recubrimiento se realizaron estableciendo $T_{lecho}^{SR} = 70\text{ °C}$ y disminuyendo el caudal de inyección a 10 rpm durante el inicio de la operación (0,44 cm³/min), con aumento gradual hasta 15 rpm una vez que el sistema se estabiliza en el set point de temperatura establecido.

La Figura 4 muestra los perfiles de temperaturas del aire de fluidización y el lecho para el recubrimiento de dolomita y yeso agrícola (debido a problemas con el sistema de adquisición online de datos, no se muestran los perfiles de temperatura correspondientes a la prueba de granulación de zeolita).

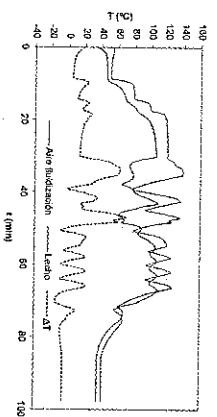


Figura 3. Recubrimiento de dolomita con $T_{lecho}^{SR} = 105\text{ °C}$ y bomba de inyección a 15 rpm.

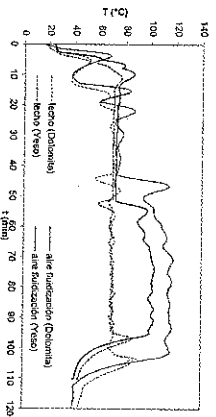


Figura 4. Primer recubrimiento de dolomita y yeso agrícola con $T_{lecho}^{SR} = 70\text{ °C}$.

Se observa claramente que cuando comienza la inyección del biol (minuto 43 de la operación para la dolomita y minuto 51 para el yeso agrícola), la temperatura del lecho disminuye repentinamente, provocando un incremento en la temperatura de entrada del aire. Además, se observa un aumento progresivo de la temperatura del aire de fluidización en respuesta al aumento gradual del caudal de biol inyectado. Es importante remarcar que durante estas experiencias la diferencia de temperaturas nunca superó los 60 °C. Como se observa en la Figura 5, durante el segundo recubrimiento no se detectaron inconvenientes durante la operación y los perfiles de temperatura de lecho y aire de fluidización para los tres materiales presentaron el mismo comportamiento que durante el primer recubrimiento.

En la Figura 6 se presentan fotos de muestras de los tres tipos de núcleos vírgenes y luego de cada etapa de recubrimiento (R1, primer recubrimiento; R2 segundo recubrimiento). Se observa claramente la adherencia del biol a la superficie de las distintas partículas que adquieren el color característico del mismo. Como es de esperar, la coloración se intensifica en la re-granulación del material. La zeolita parece ser el material que mayor recubrimiento logra, lo cual se condice con la porosidad que presentan sus partículas. Según la coloración, la adherencia del biol a la dolomita también es buena mientras que al yeso agrícola resulta más pobre. Esto último podría deberse a la friabilidad de las partículas de este material.

En la Tabla 5 se resumen las condiciones operativas encontradas para llevar a cabo de manera estable el recubrimiento de los distintos materiales seleccionados como núcleo. Se observa que la temperatura del biol difiere de una experiencia a otra debido a que el mismo se calienta mediante una placa calefactora.

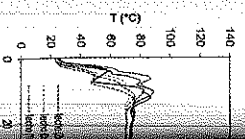


Figura 5. Segundo recubrimiento.

Por otra parte y idéntico para todos los materiales, el aire de atomización de fluidización se fijó por inspección visual durante la fluidización de la

Uso	Temperatura (°C)
Zeolita R1	70
Zeolita R2	70
Yeso R1	70
Yeso R2	70
Dolomita R1	70
Dolomita R2	70

Tabla 5. Condiciones operativas para el recubrimiento de granulación.

CONCLUSIÓN

Para definir condiciones operativas que requiera establecer una fluidización de calidad mínima de los núcleos de selección como núcleo de fluidización en un cono escala piloto para la producción de cilindricos sobre un cono escala piloto, se realizó un estudio de grado que permitió la predicción de la temperatura de lecho cilindrico y la velocidad de flujo de lecho cónico disponible.

ienza la
 i para la
 i tempe-
 proveo-
 entrada
 gresivo

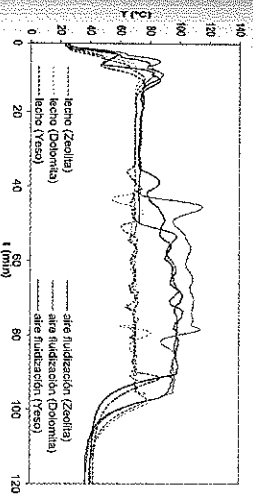


Figura 5. Segundo recubrimiento de los tres materiales con $T_{sp} = 70^\circ C$.

puesta
 ado. Es
 iencias
 60°C.
 gundo
 ientes
 ura de
 ariales
 ante el

Por otra parte y pese a que el set point del horno es idéntico para todas las experiencias, la temperatura del aire de atomización se ve afectada por las condiciones del aire en la línea. Respecto a la velocidad del aire de fluidización cabe mencionar que el soplaante se fijó por inspección visual para asegurar la correcta fluidización de las partículas.

Lecho	Aire de atomización			Biol		Soplante
	T_{sp} (°C)	T_a (°C)	Q_a (l/min)	T_b (°C)	Q_b (cm ³ /min)	
Zeolita R1	70	80	15	70	0,44 - 0,72	50
Zeolita R2	70	84	15	65	0,44 - 0,72	45
Yeso R1	70	83	15	70	0,44 - 0,72	50
Yeso R2	70	81	15	68	0,44 - 0,72	50
Dolomita R1	70	81	15	56	0,44 - 0,72	40
Dolomita R2	70	89	15	65	0,44 - 0,72	40

Tabla 5. Condiciones operativas adecuadas para la granulación de los tres materiales núcleo.

CONCLUSIONES

Para definir correctamente la velocidad de operación se requiere establecer con la mayor precisión posible la velocidad mínima de fluidización de los materiales a utilizar como núcleos de granulación. Para los tres materiales seleccionados como núcleos y el granulador de lecho fluido cónico escala piloto, la correlación reportada para lechos cónicos sobrestima el valor experimental en menor grado que aquella derivada para lechos cónicos, siendo su predicción conservadora. Por lo tanto, la suposición de lecho cónico resulta válida para el lecho fluidizado cónico disponible, el cual presenta un grado de inclinación

muy pequeño. Asimismo y debido a que el valor calculado resulta conservador, la correlación para lechos cónicos puede utilizarse como primera estimación de la velocidad de mínima fluidización para otros tamaños de núcleo.

Por otro lado y pese a las diferentes características que presentan los tres materiales seleccionados como núcleos, se establecieron exitosamente las condiciones de operación (temperatura de lecho, caudal del aire de fluidización, caudal y temperatura del aire de atomización y caudal de inyección de biol) para su recubrimiento con biol. En todos los casos se alcanzaron operaciones estables y gránulos completamente recubiertos y aparentemente menos friables que el material original. Como trabajo a futuro se prevé caracterizar los fertilizantes sólidos obtenidos, no solo físicamente sino también en términos de su poder agronómico.

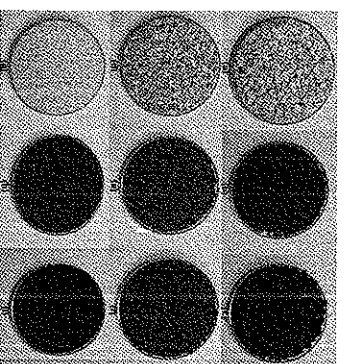


Figura 6. (a) Zeolita sin recubrir. (b) Zeolita R1. (c) Zeolita R2. (d) Yeso sin recubrir. (e) Yeso R1. (f) Yeso R2. (g) Dolomita sin recubrir. (h) Dolomita R1. (i) Dolomita R2.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad Nacional del Sur, a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica (ANPCyT) y al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) por el soporte financiero durante este trabajo así como también a la Lic. Fernanda Cabrera (PLAPIQUI, UNS-CONICET) por su asistencia técnica.

REFERENCIAS

Balliu, N. (2005). *An object oriented approach to the modelling and dynamics of granulation circuits*. Ph. D Thesis. University of Queensland.

Castro, N. et al. (2015). *Fertilizantes orgánicos sólidos a partir de productos de la digestión anaeróbica: caracterización del ligante líquido*. CLICAP, Mendoza, Argentina. CMA Minera. www.zeolita.com.ar.

Costafreda, J. L. et al. (2011). *IV Convención Cubana de Cs de la Tierra-Geociencias*.

Cottabarren, I.M. et al. (2010). *Dynamic simulation and optimization of a urea granulation circuit*. I&ECR 49, 6630-6640.

Courtney, R., Harrington, T. (2012). *Growth and nutrition of *Holcus lanatus* in bauxite residue amended with combinations of spent mushroom compost and gypsum*. *Land Deg & Dev* 23, 144-149.

Fortaleza S.A. www.fortalezausa.com.ar.

Hemati M. et al. (2003). *Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics*. *Pow. Tech.* 130, 18-34.

Jansen, A. & Aparcana Robles, S. (2008). *Estudio sobre el Valor Fertilizante de los Productos del Proceso "Fermentación Anaeróbica" para Producción de Biogas*.

Khosravi, A. et al. (2013). *Removal of ammonium ion from aqueous solutions using natural zeolite: kinetic, equilibrium and thermodynamic studies*. *Res. Chem. Int. cultural digesters in the United States*. *Biom. & Bioen.* 54, 36-45.

Kucic, D. et al. (2013). *Sorption kinetic studies of ammonium from aqueous solution on different inorganic and organic media*. *Acta Chim. Slov.* 60, 109-119.

Kuni D, Levenspiel O. (1991). *Fluidization Engineering*. Butter-Worth-Heinemann, 2da Ed.

Lister J. D. et al. (2004). *Particle Technology Series*. Kluwer Academic, Dordrecht.

Mangwandi, C. et al. (2013a). *Alternative method for producing organic fertiliser from an-aerobic digestion liquor and limestone powder: High Shear wet granulation*. *Pow. Tech.* 233, 245-254.

Mangwandi, C. et al. (2013b). *The variability in nutrient composition of Anaerobic Digestate granules produced from high shear granulation*. *Waste Maneg.* 33, 33-42.

Márquez Canosa, E. et al. (2000). *Características Físico-químicas de las Zeolitas Naturales como medio Fertilizante*. XVIII Congreso Interamericano de Ingeniería Sanitaria e Ambiental.

Millán, G. et al. (2010). *Efecto de las enmiendas básicas sobre el complejo de cambio en algunos suelos ácidos de la Región Pampeana*. *Cs. del Suelo* 28, 131-140.

Minera Calvo. www.mineraescalvo.com.ar.

Mori, L. et al. (2007). *Fluidized Bed Spray Granulation Handbook of Powder Technology*, 1, 21-188.

Peng Y, Fan L. (1997). *Chemical Engineering Science* 52, 2277-2290.

Saleh, K, Guigon, P. (2007). *Coating and Encapsulation Processes in Powder Technology Handbook of Powder Technology*.

Vaneckhoute, C. et al. (2013). *Closing the nutrient cycle by using bio-digestion waste derivatives as synthetic fertilizer substitutes: A field experiment*. *Biomass and Bioenergy*, 1-15.

Vázquez, M. et al. (2012). *Soybean (Glucine max L. Mer) response to basic amendments in soils of Santa Fe and Buenos Aires Province*. *Cs del Suelo*, 30.

Veliz Moraga, S. et al. (2015). *Fluidized-bed melt granulation: The effect of operating variables on process performance and granule properties*. *Pow. Tech.*, 286, 654-667.

Wikipedia. <https://es.wikipedia.org/wiki/Dolomita>.

Wikipedia. [https://es.wikipedia.org/wiki/Neso_\(mineral\)](https://es.wikipedia.org/wiki/Neso_(mineral)).

Efecto
Presio
de Ca
(Prunu

Resumen: El
arómicos, re
posterior al
200, 400 y 600
almacenadas
todo al inicio
mismo. La ter
trator al final
palabras clave

Abstract: The
texture, pH, m
Cherries were
and compared
pre-established
there were no
in cherries with
keywords: Hig

Andrés M. Pall

Instituto Nac
Lujan de Cuyo

Provincia de B
Mail: palleresan